

В Диссертационный совет Д 002.060.03 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук

О Т З Ы В

официального оппонента, доктора технических наук Акатьевой Лидии Викторовны на диссертационную работу Валеева Дмитрия Вадимовича «Физико-химические основы получения глинозёма и смешанных коагулянтов из бемит-каолинитовых бокситов солянокислотным автоклавным выщелачиванием», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – Металлургия чёрных, цветных и редких металлов

Актуальность темы диссертации и ее значимость для экономики Российской Федерации. Диссертация Д.В. Валеева посвящена важной проблеме – разработке новых процессов комплексной переработки бемит-каолинитовых бокситов с получением металлургического глинозёма и смешанных коагулянтов, содержащих хлориды алюминия и железа (III). Являясь мировым лидером в производстве алюминия, Россия располагает крупными месторождениями алюминийсодержащего сырья вблизи алюминиевых заводов. В частности в Европейской части России имеется крупное разведанное месторождение бемит-каолинитовых бокситов (Североонежское месторождение, Архангельская область). Однако в настоящее время отечественная алюминиевая промышленность практически не использует собственную минерально-сырьевую базу для получения металлургического глинозёма и приобретает исходное сырьё за рубежом. Поэтому с целью импортозамещения и создания в России на основе использования руд доступного Североонежского месторождения собственной сырьевой базы для производства металлургического глинозёма и других отечественных алюминийсодержащих продуктов особое внимание следует уделить решению проблемы разработки эффективного технологического процесса выщелачивания высококремнистых бемит-

каолинитовых бокситов с получением качественного глинозёма, удовлетворяющего требованиям алюминиевой промышленности. Таким образом, *тема диссертации Валеева Д.В. является, несомненно, актуальной.* Основные разделы диссертационной работы Валеева Д.В. полностью соответствуют приоритетным направлениям развития науки, технологий и техники в Российской Федерации по следующим тематическим областям: «Рациональное природопользование», «Конструкционные и функциональные материалы», «Компьютерное моделирование материалов и процессов».

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций. На защиту Д.В. Валеев вынес 6 Положений, которые он убедительно обосновывает, опираясь на анализ современного состояния проблемы, большое число экспериментальных исследований, проведённых с использованием комплекса взаимодополняющих физико-химических методов исследования состава, структуры и свойств образцов исходного сырья и синтезированных продуктов. Достаточно глубокое теоретического обоснование полученных экспериментальных данных диссертантом осуществлено с помощью термодинамического моделирования процесса выщелачивания боксита соляной кислотой с применением современных компьютерных технологий. Достоверность созданной физико-химической модели, позволяющей исследовать технологические параметры процесса кислотного выщелачивания бокситов и определять равновесный состав основных компонентов раствора, подтверждена реальными экспериментами. Достоверность результатов инструментальных методов химического и физико-химического анализа обеспечена использованием современных приборов, стандартных методик и программных комплексов, международных баз данных.

По материалам диссертации имеется достаточное количество публикаций – 27 работ, в том числе 7 статей в научных журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ к публикации результатов диссертаций на соискание учёной степени кандидата наук, 19 тезисов

докладов, опубликованных в материалах научных конференций, симпозиумов и конгрессов, получен 1 патент РФ.

Новизна научных положений, выводов и рекомендаций диссертации

Выявленные автором закономерности позволили получить следующие наиболее существенные, по мнению оппонента, результаты, определяющие научную новизну диссертационной работы:

- впервые разработан новый процесс автоклавного выщелачивания бемит-каолинитовых бокситов 10–30%-ным водным раствором хлороводородной кислоты в интервале температур 150–180°C, позволяющий получать высококачественный глинозём для производства алюминия и смешанные коагулянты на основе хлоридных растворов алюминия и железа (Ш);

- установлен химизм и кинетика процессов разложения основных минералов, входящих в состав высококремнистых бокситов Североонежского месторождения (Архангельская область) соляной кислотой при температурах 150–180°C; показано, что скорость процесса выщелачивания боксита лимитируется растворением каолинита как самого упорного минерала;

- определены оптимальные температурные, временные и концентрационные параметры процесса выщелачивания бемит-каолинитовых бокситов, при которых степень извлечения алюминия в раствор достигает 94-98 %, а также температурные и временные параметры процессов высаливания и термогидролиза гексагидрата хлорида алюминия, позволяющие получать глинозём, по качеству соответствующий требованиям отечественных алюминиевых комбинатов.

Практическое значение результатов работы

Диссертационная работа Валеева Д.В. представлена на технические науки, и она имеет *несомненное практическое значение*. В результате исследований разработана и экономически обоснована принципиально новая технологическая схема комплексной переработки бемит-каолинитовых бокситов с получением металлургического глинозёма и смешанных коагулянтов, а также с возможностью использования сиштофа в

качестве сырья для получения волластонита и рутильного концентрата. Реализация предложенной диссертантом схемы позволит организовать отечественное малоотходное производство конкурентоспособного на мировом рынке металлургического глинозёма с попутным получением более дешёвых по сравнению с традиционными смешанных жидких коагулянтов и волластонита – усиливающего наполнителя различных композиционных материалов (наполненных пластмасс, резин, смол, металлокерамики).

Общая характеристика работы

Диссертация содержит в необходимом объёме все разделы научной работы: введение; 4 главы, посвященные: аналитическому обзору литературы по способам переработки отечественного высококремнистого алюмосодержащего сырья и перспективам его использования (глава 1); методикам экспериментальных исследований и анализа (глава 2); исследованию параметров процессов автоклавного выщелчивания бемит-каолинитового боксита Североонежского месторождения соляной кислотой (главы 3); исследованию параметров процессов высаливания и термогидролиза гексагидрата хлорида алюминия, разработке эффективного технологического процесса получения металлургического глинозёма и смешанных жидких коагулянтов (глава 4); основные результаты и выводы; список литературы, содержащий 196 наименования; приложения с дополнительной информацией к работе.

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи, показаны научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе систематизированы и проанализированы известные способы вскрытия высококремнистого алюмосодержащего сырья. В случае получения металлургического глинозёма обоснованы преимущества солянокислотного выщелачивания и необходимость разработки нового эффективного малоотходного способа получения металлургического глинозёма из низкосортного алюмосодержащего сырья с возможностью получения других востребованных продуктов.

Вторая глава содержит описание использованных в работе исходных сырья и реагентов; методов исследования состава, структуры и свойств исходного сырья и синтезированных продуктов; методик и аппаратурного оформления процессов безавтоклавного и автоклавного выщелачивания боксита, кристаллизации и термогидролиза гексагидрата хлорида алюминия в лабораторных условиях. Следует отметить наглядность и хорошее качество выполнения рисунков 7-10, на которых представлены схемы, созданных с непосредственным участием диссертанта, лабораторных установок.

В третьей главе представлены экспериментальные результаты и их обсуждение, направленные на выявление оптимальных концентрационных, временных и температурных параметров автоклавной обработки бемит-каолинитового боксита Североонежского месторождения с целью его возможно более полного вскрытия. Выявленные диссертантом экспериментальные закономерности хорошо согласуются с результатами проведённых термодинамических расчётов. Разработанная модель процесса получения смешанного коагулянта позволяет осуществлять корректировку кислотности и компонентного состава целевого продукта в зависимости от поставленных задач и областей применения.

В четвёртой главе представлены результаты новых экспериментальных исследований процесса высаливания гексагидрата хлорида алюминия газообразным хлороводородом, достаточно убедительно обоснована оптимальная температура высаливания (80°C), позволяющая получать продукт с наиболее низким содержанием примесей, подобран подходящий доступный реагент для промывки твёрдой фазы (ацетон), предотвращающий растворение кристаллов.

Подробно изучен процесс термогидролиза гексагидрата хлорида алюминия и выявлены оптимальные температурные и временные параметры этого процесса. Исследованные в главах 3 и 4 закономерности прохождения процессов выщелачивания, нейтрализации, высаливания и термогидролиза в системе «боксит – соляная кислота» позволили разработать эффективную, замкнутую по соляной кислоте, принципиально новую технологическую

схему комплексной переработки бемит-каолининовых бокситов соляной кислотой с получением высококачественного металлургического глинозёма и смешанных жидких коагулянтов заданного состава. Реализация разработанной технологии в промышленном масштабе имеет экономическую и политическую целесообразность.

Диссертация производит очень хорошее впечатление. Графический материал (рисунки) представлен в достаточном количестве и высокого качества. Диссертационная работа написана грамотно, практически не содержит орфографических ошибок. По главам сделаны чёткие выводы.

Детально ознакомившись с диссертацией Д.В. Валеева, авторефератом и рядом публикаций автора из представленного в автореферате списка можно заключить, что:

- полученные результаты полностью соответствуют поставленной цели;
- содержание автореферата соответствует основному содержанию диссертации;
- содержание диссертации соответствует содержанию опубликованных работ;
- диссертационная работа соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

По материалам диссертации возникли некоторые вопросы и замечания:

1. Несколько странно выглядит список компонентов системы «боксит – соляная кислота», представленный в таблице 10 диссертации (с.81) и в таблице 5 автореферата (с.14): как такие сильные электролиты как NaCl , CaCl_2 , NaHSiO_3 , NaOH , HNO_3 могут в указанном виде входить в состав водных растворов? Следует отметить, что в списке компонентов водного раствора не указаны заряды гидрокарбонат- и гидросиликат-ионов.

2. В текстах диссертации и автореферата наблюдается некоторая путаница с употребляемыми определениями разработанной модели процесса получения смешанных коагулянтов с заданным показателем кислотности раствора и содержанием ионов алюминия. Например, в диссертации: «Компьютерная модель» (с.7), «Физико-химическая модель» (с.8),

«Двухрезервуарная модель» (с. 89). Видимо, речь идёт о разных моделях: в первых двух случаях – о компьютерном моделировании термодинамических параметров процесса, а в третьем случае – о двухрезервуарной модели будущей установки?

3. В исследовательской части диссертационной работы (глава 3: разделы 3.5; 3.6: с.76-81) развёрнуто представлены литературные данные (источники п.147-165 списка литературы) о существующих математических моделях, позволяющих осуществлять термодинамические расчёты гидрометаллургических процессов. По мнению оппонента, данная информация затрудняет восприятие полученных диссертантом результатов и, поэтому, должна обсуждаться в литературном обзоре (глава 1), либо более конкретно входить в главу 2, посвящённую методам исследования.

4. Принципиальная технологическая схема, представленная на рис. 50 в диссертации (с.109) и рис. 20 в автореферате (с.21), по мнению оппонента, местами воспринимается достаточно сложно. Почему стадия «Автоклавное выщелачивание» дана дважды? Почему со стадии высаливания кроме кристаллов гексагидрата хлорида алюминия и раствора, направляемого на термогидролиз, образуется ещё один поток? Создаётся впечатление, что после высаливания и отделения кристаллов гексагидрата хлорида алюминия осуществляется какое-то повторное выщелачивание при Т:Ж=1:4,5, неизвестных температуре и продолжительности процесса? Если получение смешанного коагулянта является альтернативным получению металлургического глинозёма, то этот процесс следовало бы представить на отдельной технологической схеме. Либо отфильтрованный от шихтофа раствор после выщелачивания направлять по двум альтернативным веткам: на высаливание (с целью получения глинозёма) и на нейтрализацию (с целью получения коагулянта).

5. В тексте автореферата и диссертации имеются небольшие редакционные неточности, например на стр. 5 автореферата в разделе «Практическая значимость» допущена ошибка в слове «полиоксихлорид»; в формуле силиката натрия (на с. 107 диссертации) нет одного из двух индексов; в диссертации встречается нерасшифрованная аббревиатура: СНК

(стр. 62); в названии таблиц 1, 9, 10 и рисунков 1, 2, 3, 4, 5 отсутствует ссылка на заимствованный источник.

6. Хотелось бы понять, насколько экономически целесообразно и экологически безопасно использовать высококонцентрированную серную кислоту для получения газообразного хлороводорода из хлорида натрия в процессах высаливания? Рассматривался ли как альтернативный вариант процесс выделения кристаллов гексагидрата хлорида алюминия в результате простого охлаждения раствора?

Приведенные замечания являются дискуссионными и не ставят под сомнение основные достижения, значимость и положительную оценку диссертационной работы.

Заключение.

Диссертационная работа Валеева Дмитрия Вадимовича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой на основании выполненных автором исследований решена задача получения из нетрадиционного высококремнистого алюминийсодержащего природного сырья – бемит-каолинитовых бокситов Североонежского месторождения (Архангельская область) ценных для отечественной промышленности продуктов с установленными физико-химическими свойствами. Разработанные автором процессы и выявленные закономерности обладают научной новизной и имеют большое практическое значение. Обоснованность научных положений и достоверность основных результатов не вызывает сомнений. Они получены с использованием современных методов и технических средств, опубликованы в рецензируемых журналах, обсуждались на многих конференциях. В диссертации изложены новые технологические решения, имеющие существенное значение для развития отечественной металлургической и химической отраслей промышленности.

Диссертационная работа отвечает всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, соответствует пункту 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» и паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов» в пунктах: 1 – «Рудное, нерудное и энергетическое сырьё»; 2 – «Твёрдое и жидкое состояние

металлических, оксидных, сульфидных, хлоридных систем»; 4 – «Термодинамика и кинетика металлургических процессов»; 9 – «Подготовка сырьевых материалов к металлургическим процессам и металлургические свойства сырья»; 13 – «Гидрометаллургические процессы и агрегаты», содержит решение научной проблемы, имеющей значение для металлургической и химической отраслей отечественной промышленности, а её автор, Валеев Дмитрий Вадимович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия чёрных, цветных и редких металлов».

Официальный оппонент

старший научный сотрудник
лаборатории химии и технологии экстракции
ФГБУН ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН
доктор технических наук (специальность
05.17.11 – «Технология силикатных и
тугоплавких неметаллических
материалов»)

Л.В. Акатьева

08.11.2016 г.

Акатьева Лидия Викторовна

Почтовый адрес: 119991 Россия, Москва, ГСП-1, Москва, Ленинский проспект,
д.31

Рабочий телефон: +7-495-952-23-41

Мобильный телефон: +7-906-054-33-44

Электронная почта: akatieva@mail.ru

Подпись официального оппонента Акатьевой Л.В. заверяю:

Учёный секретарь ИОНХ РАН
д.х.н.



М.Н. Бреховских

Зам. директора ИОНХ РАН по научной работе
д.т.н.

А.А. Вошкин